

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-169775

(P2000-169775A)

(43) 公開日 平成12年6月20日 (2000.6.20)

| | | | |
|--------------------------|------|---------------|-------------------|
| (51) IntCl. ⁷ | 識別記号 | F I | テマコード* (参考) |
| C 0 9 D 11/00 | | C 0 9 D 11/00 | 2 C 0 5 6 |
| B 4 1 J 2/01 | | B 4 1 J 3/04 | 1 0 1 Y 4 J 0 3 9 |

審査請求 未請求 請求項の数2 F D (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平10-368525

(22) 出願日 平成10年12月9日 (1998.12.9)

(71) 出願人 000005496

富士ゼロックス株式会社

東京都港区赤坂二丁目17番22号

(72) 発明者 鈴木 淳司

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(72) 発明者 山下 勲一

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

(74) 代理人 100093470

弁理士 小田 富士雄 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インクジェット記録用インク及びインクジェット記録法

(57) 【要約】

【課題】 紙上で滲み、かぶりがなく、高解像度、高濃度で均一な画像が得られ、ノズル先端でのインク乾燥による目詰まりが発生せず、吐出応答性、吐出安定性が良好で、紙上においてインクの乾燥性が良く、しかも長期保存安定性が良いインクジェット記録用インク及びそれを使用するインクジェット記録法を提供する。

【解決手段】 水、顔料、水溶性樹脂及び水溶性有機溶媒を含有する水性インクにおいて、前記水溶性樹脂が、下記一般式 (1) で示される単量体を含む重合体を含有し、インク中の分散粒子の数平均粒子径が15～100 nmであることを特徴とするインクジェット記録用インク。

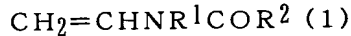


(式中、 R^1 は水素原子又はメチル基を示し、 R^2 は水素原子又は炭素数1～4のアルキル基を示す)

(2)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 水、顔料、水溶性樹脂及び水溶性有機溶媒を含有する水性インクにおいて、前記水溶性樹脂が、下記一般式(1)で示される単量体を含む重合体を含有し、インク中の分散粒子の数平均粒子径が15～100 nmであることを特徴とするインクジェット記録用インク。



(式中、 R^1 は水素原子又はメチル基を示し、 R^2 は水素原子又は炭素数1～4のアルキル基を示す)

【請求項2】 請求項1記載のインクジェット記録用インクを用いることを特徴とするインクジェット記録法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、インクジェット記録用インク及びそれを用いたインクジェット記録法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】インクジェット記録方式の原理は、ノズル、スリットあるいは多孔質フィルム等から、液体あるいは熔融固体インクを吐出させ、紙、布、フィルム等の被記録材に記録を行うものである。インクを吐出する方法は、静電誘引力を利用してインクを吐出させる、いわゆる電荷制御方式、圧電素子の振動圧力を利用してインクを吐出させる方式、熱により気泡を形成、成長させることにより生じる圧力を利用してインクを吐出させる、いわゆる熱インクジェット方式等、各種の方式が提案されており、これらの記録方式により、極めて高精細の画像を得ることができる。

【0003】これらインクジェット記録装置に使用されるインクに関しては、(1)紙上で滲み、かぶりのない、高解像度、高濃度で均一な画像が得られること、(2)ノズル先端でのインク乾燥による目詰まりが発生せず、常に吐出応答性、吐出安定性が良好であること、(3)紙上においてインクの乾燥性が良いこと、(4)画像の堅牢性がよいこと、(5)長期保存安定性がよいこと、などの特性が要求される。

【0004】インクジェット記録用インクは、主として染料を色材としたインクが用いられているが、画像の耐水性、耐光性に劣っているため、顔料を色材としたインクの検討が進められている。顔料は、本質的に水に不溶であるので、インク中に安定に分散させる方法として、分散剤を使用する方法が検討された。しかし、分散剤として界面活性剤を用いると表面張力が必要以上に低下し、印字画質の悪化、泡による印字ぬけ等の問題が発生しやすいため、主として水溶性の重合体が分散剤として各種検討されている。

【0005】水溶性の重合体としては、顔料と親和性の高い疎水性部と水性媒体と親和性の高い親水性部を共に有する共重合体が各種提案されている。例えば、高分子

分散剤と特定の溶媒を含むインク(特開昭56-147859号公報)、特定のモノマーを含有する重合体を含むインク(特開平6-306317号公報、特開平6-306318号公報、特開平7-242849号公報)等が提案されている。また、特開平8-311385号公報には、N-ビニルカルボン酸アミドからなる水溶性(共)重合体1種以上と、水溶液にしたときの流動特性が擬塑性である親水性ポリマー1種以上とを含有するインキ用添加剤が、書き味などの筆感の向上を目的として提案されているが、インクジェット用水性顔料インク用としての具体的な記載はない。すなわち、上記の(1)～(5)の要求特性をすべて満たすインクジェット記録用インクは未だ得られていない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】したがって、本発明の目的は、上記の技術的な問題を解決し、紙上で滲み、かぶりがなく、高解像度、高濃度で均一な画像が得られ、ノズル先端でのインク乾燥による目詰まりが発生せず、常に吐出応答性、吐出安定性が良好であり、紙上においてインクの乾燥性が良く、かつ長期保存安定性が良いインクジェット記録用インクを提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、鋭意検討の結果、水、水溶性有機溶媒、顔料及び水溶性樹脂を必須成分とする水性インクにおいて、前記水溶性樹脂が、下記一般式(1)で示される単量体を含む重合体を含有し、インク中の分散粒子の数平均粒子径が15～100 nmであることを特徴とするインクジェット記録用インクを使用したときに、上記の課題を達成することができることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0008】すなわち、本発明は、水、顔料、水溶性樹脂及び水溶性有機溶媒を含有する水性インクにおいて、前記水溶性樹脂が、下記一般式(1)

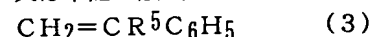


(式中、 R^1 は水素原子又はメチル基を示し、 R^2 は水素原子又は炭素数1～4のアルキル基を示す)で示される単量体を含む重合体を含有し、インク中の分散粒子の数平均粒子径が15～100 nmであることを特徴とするインクジェット記録用インク；水溶性樹脂が、上記一般式(1)で示される単量体と、下記一般式(2)



(式中、 R^3 は水素原子又はメチル基を示し、 R^4 は炭素数1～20のアルキル、アリール、又はアルキルアリール基を示す)

又は下記一般式(3)



(式中、 R^5 は水素原子又はメチル基を示す)で示される単量体とを重合して得られる重合体を含有することを特徴とする前記インクジェット記録用インク；水溶性樹脂が、上記一般式(1)で示される単量体と、下記一般

(3)

3

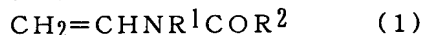
式(4)



(式中、 R^6 は水素原子又はメチル基を示す)で示される単量体を含む単量体を重合して得られた重合体を含有することを特徴とする前記インクジェット記録用インク;水溶性樹脂が、上記一般式(1)で示される単量体と、上記一般式(4)で示される単量体と、上記一般式(2)で示される単量体及び上記一般式(3)で示される単量体の少なくとも1種の単量体とを重合して得られる重合体を含有することを特徴とする前記インクジェット記録用インク;水溶性樹脂に含まれる重合体の酸性基の一部又は全部がアルカリにより中和されていることを特徴とする前記インクジェット記録用インク;水溶性樹脂の分子量が、3000~30000の範囲であることを特徴とする前記インクジェット記録用インク;水溶性樹脂の含有量が、インクの全重量に対し、0.1~5重量%であることを特徴とする前記インクジェット記録用インク;前記インクジェット記録用インクを用いることを特徴とするインクジェット記録法;及び熱インクジェット方式により記録することを特徴とする前記インクジェット記録法である。

【発明の実施の形態】

【0009】以下、本発明を詳細に説明する。本発明のインクジェット記録用インクは、水、顔料、水溶性樹脂及び水溶性有機溶媒を必須成分とするものである。本発明のインクジェット記録用インクに使用される水溶性樹脂は、下記一般式(1)で示される単量体を含む単量体を重合して得られた重合体を含有していることを特徴とする。



(式中、 R^1 は水素原子又はメチル基を示し、 R^2 は水素原子又は炭素数1~4のアルキル基を示す。)

【0010】ここで、 R^2 の炭素数1~4のアルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、*n*-プロピル基、*iso*-プロピル基、*n*-ブチル基、*iso*-ブチル基、*tert*-ブチル基等が挙げられる。これらの内、 R^1 がHで、 R^2 がメチル基又は水素原子であるものが好ましく使用される。なお、一般式(1)で示される1種の単量体からなる単独重合体の他、一般式(1)で示される2種以上の共重合可能な単量体からなる共重合体も使用することができる。

【0011】水溶性樹脂は、一般式(1)で示される単量体の他、共重合可能な単量体との共重合体を使用できる。その場合、一般式(1)で示される単量体の重合比が少なくとも5モル%であることが好ましい。組み合わせる単量体の種類により一概には言えないが、一般式

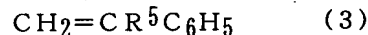
(1)の単量体の重合比が5モル%未満となると、本発明の効果が得にくくなる。共重合体としては、下記一般式(2)及び下記一般式(3)から選択された少なくとも1種の単量体を重合して得られた重合体を含有する共

4

重合体であることが好ましい。



(式中、 R^3 は水素原子又はメチル基を示し、 R^4 は炭素数1~20のアルキル、アリール又はアルキルアリール基を示す)



(式中、 R^5 は水素原子又はメチル基を示す)

【0012】ここで、 R^4 の炭素数1~20のアルキル、アリール、アルキルアリール基としては、例えば、メチル、エチル、*n*-プロピル、*iso*-プロピル、*n*-ブチル、*iso*-ブチル、*tert*-ブチル、ヘキシル、2-エチルヘキシル、オクチル、ドデシル、オクタデシル、フェニル、ベンジル基等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。一般式(2)及び一般式(3)から選択される単量体の内、メチル(メタ)アクリレート、*n*-ブチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシル(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレート、スチレンが好ましく使用される。上記の重合体の重合比は、一般式(1)の単量体:45~10モル%、一般式(2)の単量体:50~0モル%、一般式(3)の単量体:40~0モル%の範囲とすることが好ましい。

【0013】さらに、上記の単量体に加え、下記一般式(4)で示される単量体を共重合した重合体を使用することが好ましい。



(式中、 R^1 は水素原子又はメチル基を示す)

一般式(4)で示される単量体を共重合した重合体を使用する場合は、一般式(4)の単量体の重合比を40~0モル%の範囲とすることが好ましい。

【0014】これらの単量体の他、インクの特性を損なわない範囲で、共重合可能なモノマーを共重合したり、エステル化、加水分解等により、他のくり返し単位を使用することも可能である。

【0015】例えば、クロトン酸、イタコン酸、イタコン酸モノエステル、マレイン酸、マレイン酸モノエステル、フマル酸、フマル酸モノエステル、ビニルスルホン酸、スチレンスルホン酸、スルホン化ビニルナフタレン等のカルボキシ基、スルホン基含有モノマー、ビニルトルエン等のスチレン誘導体、ビニルナフタレン、ビニルナフタレン誘導体、クロトン酸アルキルエステル、イタコン酸ジアルキルエステル、マレイン酸ジアルキルエステルやカチオン性の官能基を有するモノマー、例えばN、N-ジメチルアミノエチルメタクリレート、N、N-ジメチルアミノエチルアクリレート、N、N-ジメチルアミノメタアクリルアミド、N、N-ジメチルアミノアクリルアミド、ビニルピリジン、ビニルピロリドン等の他ポリオキシエチレン基、水酸基を有するモノマー等も使用できるが、これらに限定されるものではない。なお、共重合は、ランダム共重合の他、ブロック共重

(4)

6

合、グラフト共重合したものも使用できる。好ましい重合体の例としては、表1のものが挙げられるが、これらに限定されるものではない。

* 【0016】

【表1】

*

| | 一般式 (1) | | 一般式 (2) | | 一般式 (3) | 一般式 (4) | 重合比 (mol%) (1)/(2)/(3)/(4) | 分子量Mw |
|-------|----------------|-----------------|-----------------|--------------------------------|----------------|-----------------|-------------------------------|-------|
| | R ¹ | R ² | R ³ | R ⁴ | R ⁵ | R ⁶ | | |
| No. 1 | H | CH ₃ | — | — | H | H | 20/0/40/40 | 7000 |
| No. 2 | H | H | — | — | H | H | 30/0/40/30 | 12000 |
| No. 3 | H | CH ₃ | CH ₃ | nC ₄ H ₉ | — | CH ₃ | 10/50/0/40 | 3800 |
| No. 4 | H | CH ₃ | CH ₃ | nC ₄ H ₉ | — | CH ₃ | 40/40/0/20 | 13500 |
| No. 5 | H | H | CH ₃ | Bz | — | — | 80/20/0/0 | 6000 |
| No. 6 | H | CH ₃ | CH ₃ | 2EH | — | — | 85/15/0/0 | 5300 |
| No. 7 | H | CH ₃ | H | CH ₃ | H | H | 45/15/5/35 | 8200 |
| No. 8 | H | CH ₃ | — | — | — | — | 100/0/0/0 | 7500 |

(Bz:ベンジル、2EH:2-エチルヘキシル)

【0017】本発明のインクジェット記録用インクの成分である水溶性樹脂の分子量は、好ましくは3000~30000、より好ましくは、3000~15000の範囲である。この範囲外の分子量を有する水溶性樹脂も使用できるが、分子量が3000未満では、分散安定性が劣化し易く、また30000を超えるとインクの粘度が高くなり、噴射特性が劣化し易いといった問題が発生する。なお、重合体の平均分子量の測定方法は各種の方法が知られているが、本発明においてはGPC (ゲルパーミエーションクロマトグラフィ) 法で測定される値として定義する。

【0018】なお、水溶性樹脂に含まれる重合体の酸性基の一部または全部は、アルカリにより中和されていることが好ましい。

【0019】水溶性樹脂の含有量は、インクの全重量に対し、0.1~5重量%が好ましく、0.2~3重量%がより好ましい。水溶性樹脂の含有量が0.1重量%未満では、分散安定性が劣化しやすく、また5重量%を超えるとインクの粘度が高くなり、噴射特性が劣化しやすいといった問題が発生する。

【0020】本発明のインクジェット記録用インクにおいて使用される顔料は、無機、有機顔料いずれも使用できる。黒色では、ファーンブラック、ランプブラック、アセチレンブラック、チャンネルブラック等のカーボンブラック顔料が好ましく、例えばRaven7000、Raven5750、Raven5250、Raven5000ULTRAII、Raven3500、Raven2500ULTRA、Raven2000、Raven1500、Raven1255、Raven1250、Raven1200、Raven1190ULTRAII、Raven1170、Raven1080ULTRA、Raven1060ULTRA、Raven790ULTRA、Raven780ULTRA、Raven760ULTRA (以上、コロンビアン・カーボン

社製)、Regal400R、Regal330R、Regal660R、MogulL、Monarch700、Monarch800、Monarch880、Monarch900、Monarch1000、Monarch1100、Monarch1300、Monarch1400 (以上、キャボット社製)、Color Black FW1、Color Black FW2、Color Black FW2V、Color Black 18、Color Black FW200、Color Black S150、Color Black S160、Color Black S170、Printex 35、Printex U、Printex V、Printex 140U、Printex140V、Special Black 6、Special Black 5、Special Black 4A、Special Black 4 (以上、デグussa社製)、No. 25、No. 33、No. 40、No. 47、No. 52、No. 900、No. 2300、MCF-88、MA600、MA7、MA8、MA100 (以上、三菱化学社製) 等を使用することができる。また、マグネタイト、フェライト等の磁性体微粒子やチタンブラック等を黒色顔料として用いてもよい。

【0021】シアン色の顔料としては、C.I. Pigment Blue-1、C.I. Pigment Blue-2、C.I. Pigment Blue-3、C.I. Pigment Blue-15、C.I. Pigment Blue-15:1、C.I. Pigment Blue-15:3、C.I. Pigment Blue-15:34、C.I. Pigment Blue-16、C.I. Pigment Blue-22、C.I. Pigment Blue-60等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0022】マゼンタ色の顔料としては、C.I. Pigment Red5、C.I. Pigment Red7、C.I. Pigment Red12、C.I. Pigment Re

(5)

7

d48、C.I.Pigment Red48:1、C.I.Pigment Red57、C.I.Pigment Red112、C.I.Pigment Red122、C.I.Pigment Red123、C.I.Pigment Red146、C.I.Pigment Red168、C.I.Pigment Red184、C.I.Pigment Red202等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0023】黄色の顔料としては、C.I.Pigment Yellow-1、C.I.Pigment Yellow-2、C.I.Pigment Yellow-3、C.I.Pigment Yellow-12、C.I.Pigment Yellow-13、C.I.Pigment Yellow-14、C.I.Pigment Yellow-16、C.I.Pigment Yellow-17、C.I.Pigment Yellow-73、C.I.Pigment Yellow-74、C.I.Pigment Yellow-75、C.I.Pigment Yellow-83、C.I.Pigment Yellow-93、C.I.Pigment Yellow-95、C.I.Pigment Yellow-97、C.I.Pigment Yellow-98、C.I.Pigment Yellow-114、C.I.Pigment Yellow-128、C.I.Pigment Yellow-129、C.I.Pigment Yellow-151、C.I.Pigment Yellow-154等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0024】黒色とシアン、マゼンタ、イエローの3原色の顔料の他、赤、緑、青、茶、白等の特定色顔料や、金、銀色等の金属光沢顔料、無色の体質顔料、プラスチックピグメント等を使用してもよい。また、本発明のために、新たに合成した顔料を使用してもよい。

【0025】また、これらの顔料に対し、顔料の表面に親水性官能基を導入した、自己分散可能な顔料を使用することもできる。親水化処理する方法は公知の方法や新たに発明されたいずれの方法も使用できる。例えば、酸化剤例えば硝酸、過マンガン酸塩、重クロム酸塩、次亜塩素酸塩、過硫酸アンモニウム、過酸化水素、オゾン等による酸化処理、シラン化合物等のカップリング剤による処理、ポリマーグラフト化処理、プラズマ処理等の公知の方法の他、新たに開発した方法も使用でき、またこれらの方法を組み合わせてもよい。

【0026】これらの水中に自己分散可能な親水処理顔料は、この発明の為に新たに作製されたものの他、市販の親水処理顔料を使用することができる。本発明に好ましく使用することができる市販の水中に自己分散可能な親水処理顔料としては、例えば、MICROJET BLACK CW-1 (オリエント化学工業社製)、CAB-O-JET 200 (キャボット社製)、CAB-O

8

ーJET 300 (キャボット社製)等が挙げられる。

【0027】これらの顔料及び親水性顔料は、その製造工程で混入した不純物、例えば残余の酸化剤等の不純物、その他の無機不純物や有機不純物を除去し、精製することが望ましい。特に、インク中のカルシウム、鉄、珪素をそれぞれ10ppm以下、好ましくは5ppm以下にすることが望ましい。これらの無機不純物含有量は、例えば高周波誘導結合プラズマ発光分析法により測定することができる。これらの除去は、例えば、水洗浄や、逆浸透膜、限外ろ過膜、イオン交換法等の方法、活性炭、ゼオライト等による吸着の方法を単独又は組み合わせで行うことができる。

【0028】顔料の含有量は、インクの全重量に対し、0.1~20重量%とすることが好ましく、1~10重量%とすることがより好ましい。

【0029】本発明のインクジェット記録用インクに用いられる水溶性有機溶剤としては、エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、トリエチレングリコール、1,5-ペンタンジオール、1,2,6-ヘキサントリオール、トリメチロールプロパン、グリセリン等の多価アルコール類、エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノブチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノブチルエーテル、ジプロピレングリコールモノブチルエーテル等の多価アルコール誘導体、ピロリドン、N-メチル-2-ピロリドン、シクロヘキシルピロリドン、トリエタノールアミン等の含窒素溶媒、あるいは、チオジエタノール、チオジグリセロール、スルホラン、ジメチルスルオキシド等の含硫黄溶媒、炭酸プロピレン、炭酸エチレン、グルコース及びその誘導体等の糖類や糖アルコール類等を用いることができる。これらの水溶性有機溶剤は単独で用いても、2種以上混合してもよい。水溶性有機溶剤の含有量は、インクの全重量に対して、1~60重量%とすることが好ましく、5~40重量%とすることがより好ましい。

【0030】本発明のインクジェット記録用インクに用いられる水は、特に不純物が混入することを防止するため、イオン交換水、超純水、蒸留水、限外濾過水を使用することが好ましい。

【0031】本発明のインクジェット記録用インクには、表面張力等のインク特性を調整するため界面活性剤を添加することができる。本発明のインクジェット記録用インクに使用できる界面活性剤の種類としては、各種のアニオン性界面活性剤、ノニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、両性界面活性剤等が挙げられ、アニオン性界面活性剤及びノニオン性界面活性剤が好ましく用いられる。

(6)

9

【0032】アニオン性界面活性剤としては、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキルフェニルスルホン酸塩、アルキルナフタレンスルホン酸塩、高級脂肪酸塩、高級脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、高級脂肪酸エステルのスルホン酸塩、高級アルコールエーテルの硫酸エステル塩及びスルホン酸塩、高級アルキルスルホコハク酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルカルボン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸塩、アルキルリン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩等を使用することができる。これらの中でも、ドデシルベンゼンスルホン酸塩、ケリルベンゼンスルホン酸塩、イソプロピルナフタレンスルホン酸塩、モノブチルフェニルフェノールモノスルホン酸塩、モノブチルビフェニルスルホン酸塩、モノブチルビフェニルスルホン酸塩、ジブチルフェニルフェノールジスルホン酸塩等が好ましく使用される。

【0033】ノニオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレングリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルアミン、ポリオキシエチレン脂肪酸アミド、アルキルアルカノールアミド、アセチレングリコール、アセチレングリコールのオキシエチレン付加物、ポリエチレングリコールポリプロピレングリコールブロックコポリマー等を使用することができる。これらの中でも、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、脂肪酸アルキロールアミド、アセチレングリコール、アセチレングリコールのオキシエチレン付加物、ポリエチレングリコールポリプロピレングリコールブロックコポリマーが好ましく使用される。その他、ポリシロキサンオキシエチレン付加物等のシリコン系界面活性剤や、パーフルオロアルキルカルボン酸塩、パーフルオロアルキルスルホン酸塩、オキシエチレンパーフルオロアルキルエーテル等のフッ素系界面活性剤、スピクリスボール酸やラムノリビド、リゾレシチン等のバイオサーファクタント等も使用できる。

【0034】これらの界面活性剤は、単独で使用しても混合して使用してもよい。また界面活性剤のHLBは、溶解安定性等を考慮すると7～20の範囲であることが好ましい。界面活性剤の添加量は、その種類により一概には言えないが、インク重量に対し合計で0.001～

10

5重量%、好ましくは、0.001～2重量%、さらに好ましくは0.01～2重量%の範囲とすることができる。界面活性剤の添加量が0.001重量%未満では、添加の効果が得られず、また5wt%を超える量を添加すると、画像の滲みの問題が発生しやすい。

【0035】本発明のインクジェット記録用インクには、一価アルコールを添加することが好ましい。本発明のインクジェット記録用インクに用いられる一価アルコールとしては、炭素数4以下の脂肪族アルコール及びベンジルアルコールが挙げられ、エタノール、イソプロピルアルコール、ベンジルアルコールが好ましく使用され、これらは、単独でも2種以上を混合して用いてもよい。一価アルコールの含有量は、インクの全重量に対して、1～5重量%とすることが好ましく、2～4重量%とすることがより好ましい。含有量が1重量%未満となると、画像の乾燥時間が長くなり、5重量%を超えると画像滲みが増え、濃度が低下しやすい。

【0036】本発明のインクジェット記録用インクには、尿素及び尿素誘導体を添加することが好ましい。本発明のインクジェット記録用インクに用いられる尿素及び尿素誘導体としては、尿素、1,1-ジメチル尿素、1,3-ジメチル尿素、1,1-ジエチル尿素、1,3-ジエチル尿素等が挙げられ、好ましくは尿素が用いられる。尿素及び尿素誘導体の含有量は、インクの1～10重量%とすることが好ましく、3～8重量%とすることがより好ましい。含有量が1重量%未満となると、目詰まりし防止効果が低く、10重量%を超えると画像滲みが増え、濃度が低下しやすい。

【0037】本発明のインクジェット記録用インクには、インクのpHを調整するためにpH調整剤を必要に応じて用いることができる。pH調整剤としては、塩酸、硫酸、硝酸、酢酸、クエン酸、シュウ酸、マロン酸、ホウ酸、リン酸、亜リン酸、乳酸等の酸や水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化リチウム、水酸化アンモニウム、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン、エタノールアミン、2-アミノ-2-メチル-1-プロパノール、アンモニア等の塩基、及びリン酸塩、シュウ酸塩、アミン塩やグッドバッファー等のpH緩衝剤が好ましく用いられる。

【0038】その他、インクの特性制御のために、ポリエチレンイミン、ポリアミン類、ポリビニルピロリドン、ポリエチレングリコール、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等のセルロース誘導体、多糖類及びその誘導体、その他水溶性ポリマー、アクリル系ポリマーエマルジョン、ポリウレタン系エマルジョン等のポリマーエマルジョン、シクロデキストリン、大環状アミン類、デンドリマー、クラウンエーテル類、アセトアミド等を用いることができる。その他、必要に応じて、酸化防止剤、防カビ剤、粘度調整剤、導電剤、紫外線吸収剤、及びキレート化剤さらに水溶性染料、分散染料、油

(7)

11

溶性染料等も添加することができる。

【0039】本発明のインクジェット記録用インクの表面張力は、20～65mN/mの範囲とすることが好ましい。通常のインクジェット記録用インクでは、表面張力が20～40mN/mの範囲となると、普通紙に印字した場合に、画像の乾燥時間が速くなるものの、滲みやふとりが発生し易くなり、高解像の画像が得られないが、本発明のインクを用いる場合には、このような問題は発生せず、良好な画像が得られる。しかし、表面張力が65mN/mより高いと浸透が遅くなり、画像の乾燥時間が長くなるので好ましくない。

【0040】本発明のインクジェット記録用インクの粘度は、1.5～5.0mPa・sが好ましく、1.5～3.5mPa・sがより好ましい。粘度が1.5mPa・sよりも小さい場合には、インクの保存安定性が低下し、粘度が10mPa・sより大きい場合には、吐出力が低下し、目詰まりした場合回復し難い等の問題が生じ易い。

【0041】本発明のインクジェット記録用インクの導電率は、インクに添加される物質により変わり一概には言えないが、0.05～0.4S/mが好ましく、0.07～0.3S/mがより好ましい。導電率が0.4S/mを超えると、インクの保存安定性が劣化しやすくなる。

【0042】本発明のインクジェット記録用インクのpHは、6.0から11.0が好ましく、より好ましくは7.5から9.0である。pHが6.0未満となると、目詰まりしやすく、11.0を超えるとヘッド構成部材を腐食あるいは溶解し易くなる。

【0043】本発明のインクジェット記録用インク中の分散粒子の数平均粒子径は、15～100nmであることを要件とし、15～70nmが好ましく、15～60nmがより好ましい。数平均粒子径が15nm未満となると、インクの粘度が高くなりやすく、目詰まりが発生しやすくなる。一方、100nmを超えると、インクの保存安定性が低下しやすくなる。また、体積平均粒子径 m_v と数平均粒子径 m_n の比で表わされる粒度分布 m_v/m_n は、1.1～3であることが好ましく、より好ましくは1.1～2.2である。粒度分布が広がると、浸透速度が遅くなったり、耐さっか性が低下しやすくなる。本発明において分散粒子の粒子径は、マイクロトラックUPA粒度分析計9340(Leeds & Northrup社製)を用い、上記インクを希釈しないで測定した。なお、測定時に入力するパラメーターとして、粘度には、被測定インクの粘度を、分散粒子の密度には、色材の密度を入力した。

【0044】本発明のインクジェット記録用インク1リットル中に含まれる粒子径0.5 μ m以上の粒子の数は、 7.5×10^{10} 個以下であることが好ましく、 5×10^{10} 個以下であることがより好ましい。0.5 μ m以

12

上の粒子の数が、 7.5×10^{10} 個を超えると印字の信頼性が低下しやすい。0.5 μ m以上の粒子数は、Accusizer TM770 Optical Particle Sizer (Particle Sizing Systems社製)を測定装置として用いた。この装置は、測定部を通過する粒子を光学的手法を用いて検出するものである。測定は、水性インクジェット記録液の2 μ lを測定セル中に入れ、所定の測定法に従って行い、1リットル中の値に換算した。

【0045】本発明のインクの製造方法として、顔料を分散する工程では、各種の攪拌、分散装置を使用することができるが、ガラス、セラミック、全属等のボールあるいはビーズ等のいわゆる分散メディアを使用する分散機を使用すると、顔料の粉碎、分散工程で分散メディア及び分散容器の摩耗により、無機不純物が顔料分散液やインク中に大量に混入する場合が多い。したがって、分散メディアを用いない分散装置の使用が望ましい。特に超音波ホモジナイザー、高圧ホモジナイザーからなる群から選択された少なくとも1種以上の装置によって分散するのが好ましい。超音波ホモジナイザーで分散する際、真空引き、加温、市販の脱泡/脱気装置等により脱泡、脱気を行ってから分散するのが望ましい。分散メディアを使用する分散装置を使用する場合は、必要に応じ、混入した無機不純物の除去を行うことが好ましい。また、分散後、遠心分離による粗大粒子除去を行うことが好ましい。さらに、必要に応じろ過等により粗大粒子を除去した後に、所定の溶媒、添加剤等を加えて攪拌混合後濾過を行い、インクとする。又は、顔料及び分散剤と所定の溶媒、添加剤等を加えて攪拌混合後分散処理、遠心分離、ろ過等により粗大粒子を除去してもよい。

【0046】本発明のインクジェット記録用インクは、通常のインクジェット記録装置は勿論、インクの紙への定着を補助するためのヒーター等を搭載した記録装置、中間転写機構を搭載し、中間体にインクを印字後、紙等の被記録体に転写する記録装置で用いることもできる。本発明のインクジェット記録用インクは、熱インクジェット方式により記録することが好ましい。

【0047】(作用)本発明において、顔料、水溶性樹脂、水溶性有機溶媒及び水を含有する水性インクジェット記録用インクにおいて、前記水溶性樹脂が、一般式(1)で示される単量体を含む重合体を含有し、インク中の分散粒子の数平均粒子径が15～100nmである場合、インク吐出ノズルにおける目詰まりが低減し、インクの安定性、印字画像品質が向上する。原因は明確ではないが、前記水溶性樹脂が、一般式(1)で示される単量体を含む単量体を重合して得られる重合体が、顔料分散剤又は分散安定剤として作用し、かつ一般式(1)の単量体からなる重合体の繰返し単位が水溶性有機溶媒と水の両方に親和性を有するため、ノズル先端で水分が蒸発して水溶性有機溶媒の濃度が増加しても、顔料が

(8)

13

凝集しにくく、目詰まりを改善できるものと考えられる。また、同様に記録媒体上では、印字後インク中の水分蒸発により、水溶性有機溶媒の濃度が増加しても、凝集して媒体上に過度に残留せず、乾燥性と画像品質に優れると考えられる。

【0048】

【実施例】以下、実施例により、本発明をさらに詳細に説明する。

(実施例1) 上記表1中のNo. 1の重合体10重量部と、前記重合体の95%中和相当量のNaOHに、全量が100重量部になるように水を加えて、加熱攪拌し、溶解した後、メンブランフィルターでろ過し、樹脂水溶液を得た。得られた水溶液30重量部に純水187.8重量部を加えて攪拌した後、カーボンブラック(Mogul L: キャボット社製) 30重量部を攪拌しながら加え、30分間攪拌後、超音波ホモジナイザー(出力300W)で10分間処理し、10wt% NaOH水溶液2.2重量部を加え、攪拌した後、さらに超音波ホモジナイザー(出力300W)で20分間処理した。純水を50重量部加え攪拌後、8000rpmで30分間遠分離処理することにより顔料分散液を得た。

【0049】

| | |
|-------------------------------------|---------|
| 得られた顔料分散液 | 61.7重量部 |
| ジエチレングリコール | 10重量部 |
| ジグリセリンのオキシエチレン付加物 (分子量約7500) | 5重量部 |
| イソプロピルアルコール | 3重量部 |
| 尿素 | 6重量部 |
| ポリオキシエチレンオレイルエーテル (オキシエチレン=30モル) | 0.03重量部 |

純水 14.27重量部
上記成分を混合攪拌後、ボアサイズ2 μ mのメンブランフィルターで濾過して、インクとした。

【0050】(実施例2) 実施例1のNo. 1の重合体の代わりに、上記表1中のNo. 2の重合体を使用したこと以外は実施例1と同様にして、インクを作製した。

【0051】(実施例3) 上記表1中のNo. 8の重合体3重量部と、スチレン/アクリル酸の60/40(モル%)分子量7100の重合体の90%中和相当量Na塩7重量部に、水90重量部を加えて、加熱攪拌し、溶解した後メンブランフィルターでろ過し、樹脂水溶液を得た。得られた水溶液50重量部に純水170重量部を加えて攪拌した後、カーボンブラック(Monarch 880: キャボット社製) 30重量部を攪拌しながら加え、30分間攪拌した後、超音波ホモジナイザー(出力300W)で30分間処理した。純水を50重量部加え攪拌後、8000rpmで30分間遠分離処理することにより顔料分散液を得た。

【0052】

得られた顔料分散液

40重量部 50

14

| | |
|-------------------------------------|----------|
| チオジエタノール | 10重量部 |
| ジエチレングリコール | 5重量部 |
| イソプロピルアルコール | 3重量部 |
| 尿素 | 6重量部 |
| ポリオキシエチレンオレイルエーテル (オキシエチレン=30モル) | 0.03重量部 |
| 純水 | 35.97重量部 |

上記成分を混合攪拌後、ボアサイズ2 μ mのメンブランフィルターで濾過してインクとした。

【0053】(比較例1) 実施例1のNo. 1の重合体の代わりに、スチレン/アクリル酸の60/40(モル%)分子量7100の重合体の90%中和相当量Na塩を使用したこと以外は実施例1と同様にして、インクを作製した。

【0054】(比較例2) 実施例1のNo. 1の重合体の代わりに、スチレン/アクリル酸の40/60(モル%)分子量6800の重合体の90%中和相当量Na塩を使用したこと以外は実施例1と同様にして、インクを作製した。

【0055】(比較例3) 実施例3のNo. 8の重合体を加えずに、スチレン/アクリル酸の60/40(モル%)分子量7100の重合体の90%中和相当量Na塩の量を10重量部に変更したこと以外は実施例3と同様にしてインクを作製した。

【0056】(試験例1) 実施例1~3及び比較例1~3において得られたインクを用いて、下記の評価を実施した。

(1) インク表面張力

23℃、55%RHの環境において、ウイルヘルミー型表面張力形を用いて測定した。

(2) インク粘度

レオマット115(Contraves社製)を測定装置として用いた。その測定は、水性インクジェット記録液を測定容器に入れ、所定の方法で装置に装着し、測定を行った。測定温度は23℃で行い、せん断速度は1400s⁻¹で測定した。

【0057】(3) インク導電率

23℃で、導伝率計A0L-40-3302(DKK社製)を測定装置として用いて測定した。

(4) インクpH

23℃の環境において、ガラスpH電極を用いて測定した。

(5) 数平均粒子径及び体積平均粒子径/数平均粒子径分散粒子の粒子径は、マイクロトラックUPA粒度分析計9340(Leeds & Northrup社製)を用い、上記インクを希釈しないで測定した。なお、測定時に入力するパラメーターとして、粘度には、被測定インクの粘度を、分散粒子の密度には、色材の密度を使用した。

【0058】(6) 0.5 μ m以上の粒子数

(9)

15

0.5 μm 以上の粒子数は、Accusizer TM 770 Optical Particle Sizer (Particle Sizing Systems社製)を測定装置として用いた。この装置は、測定部を通過する粒子を光学的手法を用いて検出するものである。測定は、水性インクジェット記録液の2 μl を測定セルに入れ、所定の測定法に従って行い、1リットル中の値に換算した。上記(1)～(6)の評価結果を表2に示す。

【0059】(7) 分散安定性テスト

上記インクを20gを蓋付きのガラス管に密閉し、70℃雰囲気下で100時間保管した。保管後のサンプルに対し、上記(6)の測定を実施し、0.5 μm 以上の粒子数の保管前に対する増加率を算出し以下の基準で評価した。

- ・・・増加率が2倍未満
- △・・・増加率が2倍以下3.5倍未満
- ×・・・増加率が3.5倍以上

【0060】(8) 目詰まり性テスト

試作したインクジェット印字装置(熱インクジェット方式、ドロップ滴:約45ng)を用いて、吐出停止後、キャップをしない状態で、23℃、55%RHの環境において放置し、吐出を再開した時に画像乱れを生じるまでの放置時間を測定した。評価は、以下の基準で行った。

- ◎・・・90秒以上
- ・・・60秒以上90秒未満
- △・・・30秒以上60秒未満
- ×・・・30秒未満

【0061】(9) 目詰まり回復性テスト

上記の印字装置を用いて、正常に印字できることを確認した後、1ヶ月間23℃、55%RHの環境下でキャップをしない状態で放置し、バキュームによる回復操作を正常に印字できるまで繰り返して、回数を記録し、以下*

16

*の基準で評価した。

- ◎・・・1回以下で回復
- ・・・2～3回で回復
- △・・・4～5回で回復
- ×・・・6回以上で回復

【0062】(10) 画質濃度

FX-L紙(富士ゼロックス社製)に対し、上記印字装置を用いてベタを印字し、光学濃度計X-Rite M0DEL404(X-Rite社製)を用いて測定した。

- ・・・1.2以上
- △・・・1.1以上1.2未満
- ×・・・1.1未満

【0063】(11) 乾燥性評価テスト

上記の印字テストと同様にFX-L紙(富士ゼロックス社製)に対しベタ印字部を印字して、印字画像の上から別のFX-L紙を重ねさらに上から100g/cm²の荷重をかけ、重ねた紙にインクが転写されなくなるまでの時間を測定し、以下の基準で評価した。

- ◎・・・5s未満
- ・・・5s以上10s未満
- △・・・10s以上20s未満
- ×・・・20s以上

【0064】(12) 画質評価テストFX-L紙(富士ゼロックス社製)、4024紙(ゼロックス社製)に対し、上記印字装置を用いて印字テストを行い、官能評価を実施した。

- ◎・・・滲みなし
- ・・・わずかに滲みが認められるが許容範囲
- △・・・滲みあり
- ×・・・多くの部分でヒゲ状の滲みあり

上記(7)～(12)の評価結果を下記表3に示す。

【0065】

【表2】

| | (1) インク表面張力 (mN/m) | (2) インク粘度(mPa·s) | (3) インク導電率(S/m) | (4) インクpH | (5) 数平均粒子径(nm) 体積平均粒子径/数平均粒子径 | (6) 0.5 μm 以上の粒子数($\times 10^3$ /リットル) |
|------|--------------------------|---------------------|--------------------|--------------|-------------------------------------|---|
| 実施例1 | 46 | 2.8 | 0.20 | 8.5 | 35 | 1.8 |
| 実施例2 | 46 | 3.2 | 0.18 | 8.3 | 37 | 2.0 |
| 実施例3 | 47 | 2.5 | 0.13 | 8.0 | 41 | 3.1 |
| 比較例1 | 46 | 2.8 | 0.18 | 8.2 | 38 | 2.9 |
| 比較例2 | 47 | 2.9 | 0.15 | 8.3 | 40 | 3.0 |
| 比較例3 | 47 | 2.3 | 0.15 | 8.1 | 40 | 3.5 |

【0066】

【表3】

(10)

17

| | (7) 分散安定 性テスト | (8) 目詰まり 性テスト | (9) 目詰まり 回復性テ スト | (10) 画像濃度 | (11) 乾燥性評 価テスト |
|------|---------------------|---------------------|---------------------------|--------------|----------------------|
| 実施例1 | ○ | ◎ | ◎ | ○ | ○ |
| 実施例2 | ○ | ◎ | ◎ | ○ | ○ |
| 実施例3 | ○ | ◎ | ○ | ○ | ○ |
| 比較例1 | △ | ○ | △ | ○ | ○ |
| 比較例2 | × | ◎ | ○ | △ | ○ |
| 比較例3 | △ | ○ | × | ○ | △ |

【0067】表2及び表3に示される結果から明らかなように、実施例1～3のインクは、比較例1～3のインクに比べて、分散安定性、目詰まり性、目詰まり回復性、画像濃度、乾燥性及び画質の全ての面において優れた結果が得られた。

【0068】（実施例4）Cab-O-Jet 300（キャボット社製）を、顔料濃度10重量%となるように希釈し、8000rpmで30分間遠心処理して、顔料分散液（顔料濃度8.7重量%）を得た。

得られた顔料分散液 50重量部
No. 3の重合体（90%Na中和塩） 1重量部
ジエチレングリコール 20重量部
サーフィノール465 1重量部
尿素 6重量部
純水 42重量部
上記成分を混合攪拌後、ポアサイズ2 μ mのメンブレンフィルターで濾過してインクとした。

*

| | (1) インク表 面張力 (mN/m) | (2) インク粘 度(mPa· s) | (3) インク 導電率 (S/m) | (4) インク pH | (5) 数平均粒 子径(nm) | 体積平均 粒子径/数 平均粒子 径 | (6) 0.5 μ m以 上の粒子 数($\times 10^9$ / リットル) |
|------|------------------------------|-----------------------------|----------------------------|------------------|-----------------------|----------------------------|--|
| 実施例4 | 29 | 2.7 | 0.20 | 9.0 | 38 | 2.1 | 4.1 |
| 実施例5 | 35 | 3.3 | 0.13 | 7.8 | 26 | 1.7 | 1.2 |
| 比較例4 | 29 | 2.5 | 0.16 | 8.2 | 37 | 2.2 | 4.0 |
| 比較例5 | 36 | 2.9 | 0.10 | 7.1 | 24 | 1.7 | 1.1 |

【0074】

※ ※ 【表5】

| | (7) 分散安定 性テスト | (8) 目詰まり 性テスト | (9) 目詰まり 回復性テ スト | (10) 画像濃度 | (11) 乾燥性評 価テスト | (12) 画質評価 テスト |
|------|---------------------|---------------------|---------------------------|--------------|----------------------|---------------------|
| 実施例4 | ○ | ◎ | ◎ | ○ | ◎ | ○ |
| 実施例5 | ○ | ◎ | ◎ | ○ | ◎ | ○ |
| 比較例4 | ○ | ○ | △ | △ | ◎ | △ |
| 比較例5 | ○ | ◎ | ○ | △ | ◎ | △ |

【0075】表4及び表5に示される結果から明らかなように、実施例4及び5のインクは、比較例4及び5のインクに比べて、分散安定性、目詰まり性、目詰まり回復性、画像濃度、乾燥性及び画質の全ての面において優れた結果が得られた。

【0076】（実施例6）

表1のNo. 5の重合体 7.5重量部
銅フタロシアニン顔料 25重量部

18

* 【0069】（実施例5）Microjet Black CW-1（オリエント化学工業社製）を、7000rpmで20分間遠心分離処理して、顔料分散液（顔料濃度16.8wt.%）を得た。

得られた顔料分散液 30重量部
No. 4の重合体（90%Na中和塩） 1重量部
ジエチレングリコール 20重量部
ブチルカルビトール 4.5重量部
尿素 6重量部
純水 38.5重量部

上記成分を混合攪拌した後、ポアサイズ2 μ mのメンブレンフィルターで濾過してインクとした。

【0070】（比較例4）実施例4のNo. 3の重合体（90%Na中和塩）を添加せずに、純水の添加量を43重量部に変更したこと以外は実施例4と同様にしてインクを作製した。

【0071】（比較例5）実施例5のNo. 4の重合体（90%Na中和塩）を添加せずに、純水の添加量を38.5重量部に変更したこと以外は実施例5と同様にしてインクを作製した。

【0072】（試験例2）実施例4、5及び比較例4、5において得られたインクについて、試験例1と同じ評価を行なった。結果を表4及び表5に示す。

【0073】

【表4】

(C.I. Pigment Blue-15:3)

超純水 217.5重量部
上記成分を混合し、超音波ホモジナイザー（出力300W）で40分間処理した。この液を8000rpmで30分間遠心分離処理することにより、顔料分散液（顔料濃度8.1重量%）を得た。

【0077】

得られた分散液 37重量部

(11)

19
 ジエチレングリコール 20重量部
 サーフイノール465 1重量部
 尿素 6重量部
 純水 36重量部
 上記成分を混合攪拌した後、ポアサイズ2 μ mのメンブレンフィルターで濾過してインクとした。
 【0078】(実施例7)
 表1のNo. 6の重合体 7.5重量部
 キナクリドン顔料 25重量部
 (C. I. Pigment Red-122)
 超純水 217.5重量部
 上記成分を混合し、超音波ホモジナイザー(出力300W)で40分間処理した。この液を8000rpmで30分間遠分離処理することにより、顔料分散液(顔料濃度8.0重量%)を得た。
 【0079】
 得られた分散液 37重量部
 ジエチレングリコール 20重量部
 ブチルカルビトール 4.5重量部
 尿素 6重量部
 純水 32.5重量部*

(比較例6)

表1中のNo. 6の重合体 10重量部
 スチレン/アクリル酸の40/60(モル%)分子量6800の重合体の90%中和相当量Na塩 10重量部
 キナクリドン顔料 25重量部
 (C. I. Pigment Red-122)
 純水 55重量部

上記成分を混合し、ダイノミル(メディアは、ジルコニア0.5mm径)で2時間分散し、純水150部を使用して、メディアから分散液を分離して、さらに超音波ホモジナイザー(出力300W)で40分間処理した。この液を10000rpmで30分間遠分離処理することにより、顔料分散液(顔料濃度7.1重量%)を得た。

【0083】

得られた分散液 42重量部
 ジエチレングリコール 20重量部
 ブチルカルビトール 4.5重量部
 尿素 6重量部
 純水 27.5重量部
 上記成分を混合攪拌後、ポアサイズ2 μ mのメンブレンフィルターで濾過してインクとした。

【0084】(比較例7)表1のNo. 8の重合体の3重量部に純水165重量部を加え、攪拌した後、カーボンブラック(Mogul L:キャボット社製)30重量部を攪拌しながら加えた。これを30分間攪拌した後、超音波ホモジナイザー(出力300W)で10分間

20
 *上記成分を混合攪拌した後、ポアサイズ2 μ mのメンブレンフィルターで濾過してインクとした。

【0080】(実施例8)

表1のNo. 7の重合体 7.5重量部
 (90%Na中和塩)
 ジスアゾイエロー顔料 25重量部
 (C. I. Pigment Yellow-83)

超純水 217.5重量部
 上記成分を混合し、超音波ホモジナイザー(出力300W)で40分間処理した。この液を8000rpmで30分間遠分離処理することにより、顔料分散液(顔料濃度8.3重量%)を得た。

【0081】

得られた分散液 37重量部
 ジエチレングリコール 20重量部
 ヘキシルカルビトール 2重量部
 尿素 6重量部
 純水 35重量部

上記成分を混合攪拌した後、ポアサイズ2 μ mのメンブレンフィルターで濾過してインクとした。

【0082】

処理し、10wt%NaOH水溶液を2重量部を加え、攪拌した後、さらに超音波ホモジナイザー(出力300W)で30分間処理した。純水を50重量部加え攪拌した後、7000rpmで20分間遠分離処理することにより、顔料分散液を得た。

【0085】

得られた顔料分散液 73重量部
 ジエチレングリコール 10重量部
 ジグリセリンのオキシエチレン付加物 5重量部
 (分子量約7500)
 イソプロピルアルコール 3重量部
 尿素 6重量部
 ポリオキシエチレンオレイルエーテル 0.03重量部
 (オキシエチレン=30モル)
 純水 2.97重量部

上記成分を混合してインクとした。

【0086】(試験例3)実施例6~8及び比較例6、7について、試験例1と同様の評価を行なった。結果を表6及び表7に示す。

【0087】

(12)

21

22

【表6】

| | (1) | (2) | (3) | (4) | (5) | | (6) |
|------|-------------------|---------------|--------------|-------|------------|----------------|--------------------------------------|
| | インク表面張力 (mN/m) | インク粘度 (mPa・s) | インク導電率 (S/m) | インクpH | 数平均粒子径(nm) | 体積平均粒子径/数平均粒子径 | 0.5 μm以上の粒子数(×10 ⁹ /リットル) |
| 実施例6 | 29 | 2.5 | 0.06 | 7.5 | 35 | 2.3 | 3.6 |
| 実施例7 | 35 | 3.0 | 0.05 | 7.2 | 42 | 2.2 | 4.8 |
| 実施例8 | 34 | 2.8 | 0.12 | 8.1 | 30 | 2.4 | 1.2 |
| 比較例6 | 36 | 4.2 | 0.32 | 7.9 | 12 | 3.2 | 0.8 |
| 比較例7 | 47 | 2.9 | 0.03 | 8.8 | 115 | 2.5 | 8.2 |

【0088】

【表7】

| | (7) 分散安定性テスト | (8) 目詰まり性テスト | (9) 目詰まり回復性テスト |
|------|-----------------|-----------------|-------------------|
| 実施例6 | ○ | ◎ | ◎ |
| 実施例7 | ○ | ◎ | ◎ |
| 実施例8 | ○ | ◎ | ○ |
| 比較例6 | △ | × | × |
| 比較例7 | × | × | × |

【0089】表6及び表7に示される結果から明らかのように、実施例6～8のインクは、比較例6、7のインクに比べて、分散安定性、目詰まり性、目詰まり回復性、画像濃度、乾燥性及び画質の全ての面において優れた結果が得られた。

【0090】

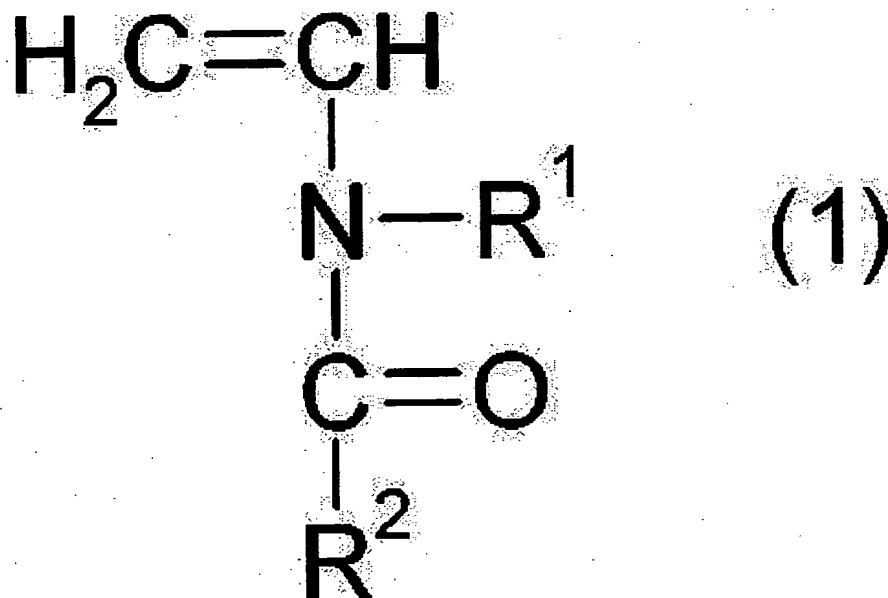
【発明の効果】本発明により、分散安定性が良く、長時間放置してもノズル閉塞が発生せず、画像の乾燥性と画質の両立が可能なインクジェット記録用インク、及びそれを用いたインクジェット記録法が得られる。

フロントページの続き

(72) 発明者 橋本 健
神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼロックス株式会社内

Fターム(参考) 2C056 EA13 FC01
4J039 AD02 AD03 AD09 AD10 AD12
AD13 AD14 AD22 BA04 BE01
BE12 BE22 CA06 EA10 EA15
EA16 EA17 EA19 EA41 EA42
EA44 EA47 GA24

AN 2000-507951 [46] WPIDS
 DNN N2000-375675 DNC C2000-152399
 TI Ink for ink jet recording, contains water, pigment, water soluble vinyl
 amide resin and water soluble organic solvent.
 DC A97 G02 G05 P75 T04
 PA (XERF) FUJI XEROX CO LTD
 CYC 1
 PI JP 2000169775 A 20000620 (200046) * 12 C09D011-00
 ADT JP 2000169775 A JP 1998-368525 19981209
 PRAI JP 1998-368525 19981209
 IC ICM C09D011-00
 ICS B41J002-01



AB JP2000169775 A UPAB: 20001102

NOVELTY - Ink contains water, pigment, water soluble vinyl amide resin and water soluble organic solvent. Particles dispersed in the ink have number average particle diameter of 15-100 nm.

DETAILED DESCRIPTION - Ink contains water, pigment, water soluble resin containing monomer units of formula (1) and water soluble organic solvent. Particles dispersed in the ink have number average particle diameter of 15-100 nm.

R1 = hydrogen or methyl;

R2 = hydrogen or 1 - 4C alkyl.

An INDEPENDENT CLAIM is also included for ink jet recording using the ink.

USE - The ink jet recording is conducted to usual paper.

ADVANTAGE - The ink is improved in dispersion stability, occurs less nozzle plugging, recovery of plugging, less bleeding on the printed image, picture image density and drying.

Dwg. 0/0

FS CPI EPI GMPI

FA AB; GI

MC CPI: A04-D; A12-W07D; G02-A04A; G05-F03

EPI: T04-G02C

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ ~~FADED TEXT OR DRAWING~~
- ☒ ~~BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING~~
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ ~~LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT~~
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.